

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

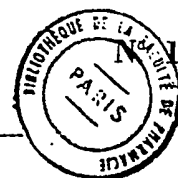
SERVICE

de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

## BREVET D'INVENTION

P.V. n° 931.578

Classification internationale



1.363.233

C 04 b

Procédé de fabrication de masses pleines, notamment de verres et céramiques, et appareil de mise en œuvre.

Société dite : CORNING GLASS WORKS résidant aux États-Unis d'Amérique.

Demandé le 16 avril 1963, à 12<sup>h</sup> 50<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré par arrêté du 4 mai 1964.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 24 de 1964.)

(Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le 31 mai 1962, sous le n° 198.820, au nom de M. Joseph Ernest NITSCHÉ.)

La présente invention concerne la fabrication de verres et céramiques par des procédés suivant lesquels on forme des flaques de ces matériaux par dépôt de particules en fusion de ces matériaux, puis réunion par fusion de ces particules en masses pleines; elle vise notamment un procédé perfectionné tendant à éliminer les impuretés de ces matériaux et à améliorer leurs propriétés.

On sait depuis longtemps qu'on peut fabriquer des articles en silice en vaporisant un composé de silicium hydrolysable dans une flamme pour décomposer le composé en vue de former de fines particules de silice, qu'on peut réunir par fusion en un article plein, soit en faisant en sorte que la flamme frappe les particules à mesure qu'elles s'accumulent en une masse unique, soit en chauffant la masse entière après dépôt des particules. Des exemples de ce procédé de formation d'articles en silice sont décrits dans le brevet des États-Unis d'Amérique n° 2.272.342 au nom de J.F. Hyde du 10 février 1942. Il est également bien connu qu'on peut fabriquer des articles en faisant passer à travers une flamme une poudre d'un matériau à partir duquel on désire former un article, puis en recueillant ensuite la poudre en fusion sous forme de flaque. Ce procédé, généralement connu sous le nom de procédé Verneuil pourra être utilisé, par exemple, pour la fabrication d'articles en silice et en alumine.

On a récemment découvert que les propriétés d'articles en silice peuvent être améliorées si l'on maintient les articles, à haute température, sous l'action de tensions électriques appliquées pendant des temps suffisants pour assurer la migration d'ions d'impuretés présentes dans ces articles. Parmi les avantages résultant d'une électrolyse figure la réduction des variations de l'indice de réfraction et d'élimination de certaines bandes d'absorption indésirables, comme décrit dans le brevet des États-Unis

d'Amérique n° 2.897.126 au nom de Henri George du 28 juillet 1959, ainsi que des améliorations de caractéristiques telles qu'atténuation de signal quand on utilise de la silice fondue dans des lignes à retard ultra-sonores.

Bien qu'une telle électrolyse d'articles en silice finis donne des résultats satisfaisants, il apparaît que l'opération supplémentaire introduite dans le processus de fabrication accroît le temps de fabrication et, par conséquent, le prix de revient.

Or, on a découvert suivant l'invention qu'on peut supprimer cette opération supplémentaire et que des articles en silice, ainsi qu'en d'autres matériaux, obtenus par dépôt et fusion de poudres en vue de la formation de flaques, peuvent être simultanément élaborés et soumis à l'électrolyse, ces articles présentant les mêmes caractéristiques que ceux soumis à électrolyse par le procédé connu.

On va maintenant décrire l'appareil et le procédé suivant la présente invention en se référant au dessin annexé, dont la figure unique représente un modèle d'appareil utilisable pour assurer simultanément la mise en forme et l'électrolyse de silice en fusion.

On va se référer, pour décrire l'invention, au procédé de formation d'une flaque de silice par décomposition d'un composé de silice dans une flamme et dépôt des particules de silice ainsi obtenus; mais il est bien entendu que l'invention est également applicable à des procédés suivant lesquels des particules de même composition que l'article final se déposent sous forme de flaque après chauffage dans une flamme. Ces particules pourront être, par exemple, des particules de silice et d'alumine.

Comme on le voit sur le dessin, il est prévu une pluralité de brûleurs à gaz et à oxygène 10, présentant des tubes d'admission 11 destinés à leur amener de l'oxygène et des tubes d'admission 12 destinés à leur amener un gaz combustible contenant

des vapeurs d'un composé de silicium hydrolysable, par exemple  $\text{SiCl}_4$ , préalablement mélangé comme indiqué dans le brevet des E.U.A. précité au nom de Hyde. On soumet le  $\text{SiCl}_4$  à l'hydrolyse pour former de fines particules de  $\text{SiO}_2$  qui traversent des trous ménagés dans une hotte 13 et tombent sur une sole réfractaire conductrice 14, qui peut être en briques de silice, électriquement conductrice aux températures appliquées suivant le présent procédé et portée sur une table rotative 15. L'air est maintenu, dans la hotte 13, à haute température par l'action des brûleurs et la pointe des flammes émanant des brûleurs frappe de préférence la surface de la flaque de silice 16 pour assurer sa vitrification et pour la maintenir à des températures suffisantes pour permettre son électrolyse, ces températures étant de préférence supérieures à 850 °C.

Les brûleurs 10, la table rotative 15 et l'arbre 16 sont en des métaux conducteurs, par exemple acier, et une tension électrique continue est appliquée entre les brûleurs et la table rotative, par le circuit représenté à titre d'exemple sur le dessin. Suivant le mode de réalisation illustré à titre d'exemple, la table tournante 15 constitue la cathode et les brûleurs 10 les anodes, de sorte que les impuretés alcalines à charge positive se rassemblent à l'interface entre la flaque de silice en fusion 16 et la sole réfractaire 14, tandis que les impuretés à charge négative atteignent par migration la face supérieure de la flaque 16 puis s'échappent dans l'atmosphère, s'il s'agit de gaz.

On voit qu'on pourra inverser la polarité électrique du système, les résultats demeurant satisfaisants. L'arbre 17 est garni d'un coussinet isolant 18 destiné à éviter des décharges électriques vers la terre. La hotte 13 et le tronçon inférieur de l'arbre 17 sont mis à la masse, comme représenté.

On pourra appliquer des tensions variables pour assurer l'électrolyse de la flaque pendant sa formation, la vitesse d'électrolyse étant fonction de l'intensité du courant qui traverse le circuit comprenant les conducteurs, les brûleurs en acier, les gaz ionisés présents dans la flamme, la flaque chauffée, la sole électriquement conductrice, la table en acier et l'arbre associé, avec lequel le contact électrique est assuré par un frotteur. Quand la distance entre les brûleurs 10 et la surface de la flaque 16 est de 15 centimètres et que la silice en fusion est à une température de 1 700 °C, une tension de 500 volts se révèle satisfaisante.

On conçoit que la sole réfractaire en briques de silice 14 sert à protéger la surface de la table 15 en acier contre les effets de la chaleur et de la corrosion, mais n'est pas indispensable à la mise en œuvre du procédé. La hotte 13 facilite le maintien de la flaque 16 à haute température, mais n'est pas non plus indispensable. De plus, il n'est pas non plus nécessaire que la pointe des flammes

frappent la flaque : il est préférable qu'il en soit ainsi pour assurer la vitrification de la flaque et pour faciliter le passage du courant, mais de toute manière, du gaz ionisé est présent en quantité suffisante pour permettre au courant de passer.

On conçoit qu'un certain degré d'électrolyse apparaît, suivant le présent procédé, chaque fois qu'il y a différence de potentiel entre les faces supérieures et inférieures de la flaque de silice et aussi longtemps que cette flaque demeure à des températures assez fortes pour permettre la migration des ions formant impureté. Sans que ces indications présentent aucun caractère limitatif, on notera que pour la formation de la flaque de silice, les gammes de températures et de tensions préférées sont, d'une manière générale, les suivantes : de 850 à 1 900 °C et de 15,7 à 1 570 volts par centimètre de distance entre les brûleurs et la surface sur laquelle est formée la flaque de silice. Quand on forme une flaque de silice suivant le procédé Verneuil, les gammes correspondantes sont de 1 000 à 2 100 °C et de 15,7 à 1 570 volts par cm.

Il est en outre bien entendu que le processus suivant l'invention peut se poursuivre après fin du processus de dépôt. On peut continuer à diriger les flammes vers la flaque et maintenir la tension, poursuivant ainsi l'électrolyse de la flaque. En variante, on peut n'appliquer la tension qu'une fois le dépôt terminé.

#### RÉSUMÉ

Procédé de fabrication d'une masse ou article plein en un matériau, du genre comprenant les opérations consistant à produire des particules en fusion dudit matériau et à les déposer pour former une masse en fusion unique, ce procédé étant caractérisé en ce que, pour éliminer les ions d'impuretés on applique une tension électrique continue à la masse unique pendant dépôt desdites particules, tout en maintenant cette masse à haute température et en ce qu'on assure ainsi un mouvement d'ions vers l'une des surfaces de la masse, ce procédé étant par ailleurs caractérisé par les points suivants pris isolément ou en combinaison :

a. Pour provoquer ce mouvement d'ions, on fait porter la masse ou l'article par une surface électriquement conductrice et on dirige sur une surface exposée de la masse ou article une flamme émanant d'un brûleur, tout en maintenant une tension électrique continue entre le brûleur et la surface conductrice;

b. Le matériau est un composé de silicium hydrolysable et on le décompose pour former des particules de silice qu'on réunit par fusion en une masse unique;

c. On vaporise le matériau dans une flamme;

d. La flamme frappe ladite masse de silice;

e. La haute température est supérieure à 850 °C;

f. La tension électrique est comprise entre 15,7 et 1 570 volts/cm.

g. On injecte les vapeurs d'un composé de silicium hydrolysable dans une flamme émanant d'un brûleur en une matière électriquement conductrice pour produire de fines particules de silice et l'on recueille ces particules sur une embase électriquement conductrice pour former une masse de silice, en assurant le maintien d'une tension électrique continue entre le brûleur et l'embase;

h. Le matériau est une masse pleine d'alumine.

2° Un appareil de mise en œuvre du procédé décrit sous 1°, comprenant, pour la formation d'une masse de silice sensiblement pure, une table rotative, au moins un brûleur, espacé au-dessus de cette table,

engendrant une flamme à partir d'un gaz combustible, un moyen d'amenée dans cette flamme des vapeurs d'un composé de silicium hydrolysable, le brûleur et la table rotative étant en des matériaux électriquement conducteurs, et des moyens propres à appliquer au brûleur et à la table des potentiels électriques différents, cet appareil pouvant comporter une hotte destinée à maintenir à haute température l'atmosphère comprise entre les brûleurs et la table rotative.

Société dite : CORNING GLASS WORKS

Par procuration :

BEAU DE LOMÉNTÉ, André ARMENGACD & G. HOUSSARD

